

POLARIZATION PLATE AND METHOD FOR PRODUCING THE SAME

Publication number: JP2002196140

Publication date: 2002-07-10

Inventor: WATABE HIDETOSHI

Applicant: FUJI PHOTO FILM CO LTD

Classification:

- international: **B29C41/24; G02B5/30; G02F1/1335; B29C41/00; G02B5/30; G02F1/13; (IPC1-7): G02F1/1335; G02B5/30; B29C41/24; B29K1/00; B29L7/00; B29L9/00; B29L11/00**

- european:

Application number: JP20000393037 20001225

Priority number(s): JP20000393037 20001225

Report a data error here

Abstract of JP2002196140

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a polarization plate which is superior in optical durability and physical performance retentivity such that contrast is maintained even under conditions of high temperature and high humidity and obtainable, without its peeling a polarization film and a cellulose film stacked so as to constitute a laminate in a step for punching out the polarizing plate from the laminate, and to provide a method for producing the polarizing plate. **SOLUTION:** The polarization plate is obtained by stacking a triacetylcellulose film, having ≥ 13 kgf/mm² tensile strength, on at least one face of a polarizing film. The triacetylcellulose film is formed, by dissolving triacetylcellulose in a solvent (a solvent which does not substantially contain dichloromethane, in the case of a monolayer casting method) and casting the resulting triacetylcellulose dope by the monolayer casting method or a multilayer co-casting method.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-196140

(P2002-196140A)

(43) 公開日 平成14年7月10日 (2002.7.10)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マ-ト* (参考)
G 0 2 B 5/30		G 0 2 B 5/30	2 H 0 4 9
B 2 9 C 41/24		B 2 9 C 41/24	2 H 0 9 1
// G 0 2 F 1/1335	5 1 0	G 0 2 F 1/1335	5 1 0 4 F 2 0 5
B 2 9 K 1:00		B 2 9 K 1:00	
B 2 9 L 7:00		B 2 9 L 7:00	
審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 11 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号 特願2000-393037 (P2000-393037)

(22) 出願日 平成12年12月25日 (2000. 12. 25)

(71) 出願人 000005201

富士写真フイルム株式会社

神奈川県南足柄市中沼210番地

(72) 発明者 渡部 英俊

神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真

フイルム株式会社内

(74) 代理人 100105647

弁理士 小栗 昌平 (外4名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 偏光板およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 高温・高湿条件下でもコントラストが維持される等の光学耐久性と物理性能耐久性に優れ、しかも偏光フィルムとセルロース系フィルムとの積層体から偏光板を打抜く工程において、積層したこれらのフィルムが剥がれることがなく取得され得る偏光板およびその製造方法を提供すること。

【解決手段】 偏光フィルムの少なくとも片面に引張強度が 13 kg f/mm^2 以上のトリアセチルセルロースフィルムを積層してなり、該トリアセチルセルロースフィルムが、トリアセチルセルロースを溶剤（単層流延法の場合は、シクロロメタンを実質的に含まない溶剤）に溶解することで調製されたトリアセチルセルロースドープを単層流延方法または複数層共流延方法により作成されたトリアセチルセルロースフィルムである偏光板およびその製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 偏光フィルムの少なくとも片面に引張強度が 13 kg f/mm^2 以上のトリアセチルセルロースフィルムを積層してなる偏光板において、該トリアセチルセルロースフィルムが、トリアセチルセルロースをジクロロメタンを実質的に含まない溶剤に溶解することで調製されたトリアセチルセルロースドープを単層流延方法により作製されたトリアセチルセルロースフィルムであることを特徴とする偏光板。

【請求項2】 偏光フィルムの少なくとも片面に引張強度が 13 kg f/mm^2 以上のトリアセチルセルロースフィルムを積層してなる偏光板において、該トリアセチルセルロースフィルムが、トリアセチルセルロースを溶剤に溶解することで調製されたトリアセチルセルロースドープを複数層共流延方法により作製されたトリアセチルセルロースフィルムであることを特徴とする偏光板。

【請求項3】 上記トリアセチルセルロースドープが、トリアセチルセルロースを冷却溶解法あるいは高温溶解法によってジクロロメタンを実質的に含まない溶剤に溶解することで調整されたトリアセチルセルロースドープであることを特徴とする請求項1または2に記載の偏光板。

【請求項4】 トリアセチルセルロースフィルムを 100°C 、 100 時間放置したときの縦方向の寸法変化率が、 0.20% 以下であることを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の偏光板。

【請求項5】 トリアセチルセルロースフィルムを 70°C 、 90% RHの雰囲気下に 500 時間放置したときの縦方向の寸法変化率が、 0.50% 以下であることを特徴とする請求項1～4のいずれかに記載の偏光板。

【請求項6】 偏光フィルムとして、平均重合度 $1000\sim6000$ のポリビニルアルコール系樹脂フィルムが用いられることを特徴とする請求項1～5のいずれかに記載の偏光板。

【請求項7】 トリアセチルセルロースフィルムの外側に機能層を設けたことを特徴とする請求項1～6のいずれかに記載の偏光板。

【請求項8】 機能層が、ハードコート層、アンチグレア層およびアンチリフレクション層からなる群より選ばれる少なくとも1種であることを特徴とする請求項7に記載の偏光板。

【請求項9】 偏光フィルムの少なくとも片面に引張強度が 13 kg f/mm^2 以上のトリアセチルセルロースフィルムを貼着してなる偏光板の製造方法において、トリアセチルセルロースをジクロロメタンを実質的に含まない溶剤に溶解することで調製されたトリアセチルセルロースドープを単層流延してトリアセチルセルロースフィルムを作製することを特徴とする偏光板の製造方法。

【請求項10】 偏光フィルムの少なくとも片面に引張強度が 13 kg f/mm^2 以上のトリアセチルセルロースフィルムを貼着してなる偏光板の製造方法において、トリアセチルセルロースを溶剤に溶解することで調製されたトリアセチルセルロースドープを複数層共流延してトリアセチルセルロースフィルムを作製することを特徴とする偏光板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、偏光板およびその製造方法に関し、詳しくは高温・高湿条件下での光学耐久性（コントラスト保持性）、物理性能耐久性（密着性）に優れた偏光板に関し、さらには機能層を設けた偏光板およびその製造方法にも関する。

【0002】

【従来の技術】従来、電子卓上計算機、電子時計、ワープロ、自動車や機械類の計器類等に液晶表示装置が用いられている。該液晶表示装置には、偏光板が用いられているが、該偏光板としては、延伸・染色処理等により偏光性が付与されたポリビニルアルコールフィルム等の偏光フィルムの両面にセルロース系フィルム等の保護層が積層された偏光板が用いられている。

【0003】しかしながら、最近の技術の高度化に伴い、高温・高湿条件下でもコントラスト（平行透過率／直交透過率）の低下が見られない光学耐久性に優れた偏光板が求められている。さらに、従来から、セルロース系フィルムと偏光フィルムとが貼着した偏光板を所望のサイズに打抜く工程において、いったん貼着したセルロース系フィルムと偏光フィルムとが剥がれてしまう問題があり、その改善が求められていた。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、高温・高湿条件下でもコントラストが維持される等の光学耐久性および物理性能耐久性に優れた偏光板およびその製造方法を提供することにある。本発明の他の目的は、偏光フィルムとセルロース系フィルムからなる偏光板を所望のサイズに打抜く工程において、積層したフィルムが剥がれることなく取得され得る偏光板およびその製造方法を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明によれば、下記構成の偏光板が提供されて、本発明の上記目的が達成される。

1. 偏光フィルムの少なくとも片面に引張強度が 13 kg f/mm^2 以上のトリアセチルセルロースフィルムを積層してなる偏光板において、該トリアセチルセルロースフィルムが、トリアセチルセルロースをジクロロメタンを実質的に含まない溶剤に溶解することで調製されたトリアセチルセルロースドープを単層流延方法により作成されたトリアセチルセルロースフィルムであることを

特徴とする偏光板。

2. 偏光フィルムの少なくとも片面に引張強度が 13 kgf/mm^2 以上のトリアセチルセルロースフィルムを積層してなる偏光板において、該トリアセチルセルロースフィルムが、トリアセチルセルロースを溶剤に溶解することで調製されたトリアセチルセルロースドープを複数層共流延方法により作成されたトリアセチルセルロースフィルムであることを特徴とする偏光板。

3. 上記トリアセチルセルロースドープが、トリアセチルセルロースを冷却溶解法あるいは高温溶解法によってジクロロメタンを実質的に含まない溶剤に溶解することで調整されたトリアセチルセルロースドープであることを特徴とする上記1または2に記載の偏光板。

4. トリアセチルセルロースフィルムを 100°C 、 100 時間放置したときの縦方向の寸法変化率が、 0.20% 以下であることを特徴とする上記1～3のいずれかに記載の偏光板。

5. トリアセチルセルロースフィルムを 70°C 、 90% RHの雰囲気下に 500 時間放置したときの縦方向の寸法変化率が、 0.50% 以下であることを特徴とする上記1～4のいずれかに記載の偏光板。

6. 偏光フィルムとして、平均重合度 $1000 \sim 6000$ のポリビニルアルコール系樹脂フィルムが用いられることを特徴とする上記1～5のいずれかに記載の偏光板。

7. 偏光フィルムとして、平均重合度 $1500 \sim 5000$ のポリビニルアルコール系樹脂フィルムが用いられることを特徴とする上記6に記載の偏光板。

8. 偏光フィルムとして、平均重合度 $2500 \sim 4000$ のポリビニルアルコール系樹脂フィルムが用いられることを特徴とする上記7に記載の偏光板。

9. トリアセチルセルロースフィルムの外側に機能層を設けたことを特徴とする上記1～8のいずれかに記載の偏光板。

10. 機能層が、ハードコート層であることを特徴とする上記9に記載の偏光板。

11. 機能層が、アンチグレア層であることを特徴とする上記9に記載の偏光板。

12. 機能層が、アンチリフレクション層であることを特徴とする上記9に記載の偏光板。

13. 機能層が、アンチグレア層およびアンチリフレクション層からなることを特徴とする上記9に記載の偏光板。

14. 機能層が、ハードコート層、アンチグレア層およびアンチリフレクション層とからなることを特徴とする上記9に記載の偏光板。

15. 偏光フィルムの少なくとも片面に引張強度が 13 kgf/mm^2 以上のトリアセチルセルロースフィルムを貼着してなる上記偏光板の製造方法において、トリアセチルセルロースをジクロロメタンを実質的に含まない

溶剤に溶解することで調製されたトリアセチルセルロースドープを単層流延してトリアセチルセルロースフィルムを作製することを特徴とする偏光板の製造方法。

16. 偏光フィルムの少なくとも片面に引張強度が 13 kgf/mm^2 以上のトリアセチルセルロースフィルムを貼着してなる上記偏光板の製造方法において、トリアセチルセルロースを溶剤に溶解することで調製されたトリアセチルセルロースドープを複数層共流延してトリアセチルセルロースフィルムを作製することを特徴とする偏光板の製造方法。

【0006】偏光フィルムの少なくとも片面に引張強度が 13 kgf/mm^2 以上、好ましくは $13 \sim 50 \text{ kgf/mm}^2$ 以上のトリアセチルセルロースフィルムを貼着した偏光板は、高温・高温条件下でもコントラスト（平行透過率/直交透過率）の低下が見られないという良好な光学耐久性が得られ、更に各種機能層を積層しても十分にその機能を発揮する。また、上記トリアセチルセルロースフィルムが、トリアセチルセルロースを溶剤に溶解することで調製されたトリアセチルセルロースドープを単層流延および複数層共流延の何れかの流延方法により作成されたトリアセチルセルロースフィルムであれば、偏光板加工時の打抜き工程において、いったん貼着、積層したトリアセチルセルロースフィルムと偏光フィルムとが剥がれる故障に対して非常に改良効果がある。さらには、該トリアセチルセルロースフィルムの 100°C （ドライの状態ともいう）、に 100 時間放置する処理を行ったときの縦（MD）方向の寸法変化率が 0.20% 以下、好ましくは $0.001 \sim 0.20\%$ であるとき、上記の剥がれの問題が顕著に解決される。さらには、該トリアセチルセルロースフィルムを 70°C 、 90% RHの雰囲気下に 500 時間放置する処理を行ったときの縦（MD）方向の寸法変化率が 0.50% 以下、好ましくは $0.0001 \sim 0.50\%$ であるときに、上記の剥がれの問題がさらに顕著に解決される。なお、縦方向とはアセチルセルロースフィルムの製造時におけるフィルムの長手方向、即ちMD（machine direction）方向を意味し、寸法変化率（%）は下記数式により算出される値である。

寸法変化率：[（処理後の長さ－処理前の長さ）/（処理前の長さ）] $\times 100$

【0007】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を詳細に説明する。本発明に用いられる偏光フィルムとしては、ポリビニルアルコール系樹脂フィルム、エチレン・ビニルアルコール系樹脂フィルム、セルロース系フィルム、ポリカーボネート系樹脂フィルム等が挙げられるが、加工性等の点で、ポリビニルアルコール系樹脂フィルムが好適に用いられる。以下ポリビニルアルコール系樹脂フィルムについて説明するが、使用できるフィルムはこのフィルムに限定されるものではない。

【0008】ポリビニルアルコール系樹脂は、通常酢酸ビニルを重合したポリ酢酸ビニルをケン化して製造されるが、不飽和カルボン酸、その誘導体（例えば塩、エステル、アミド、ニトリル等）、オレフィン類、ビニルエーテル類、不飽和スルホン酸塩等の酢酸ビニルと共重合可能なモノマーが少量共重合されていてもよい。また、ポリビニルアルコール系樹脂として、該樹脂を酸の存在下でアルデヒド類と反応させたポリビニルブチラール樹脂、ポリビニルホルマール樹脂等のいわゆるポリビニルアセタール樹脂、さらにはその他方法で変性したポリビニルアルコール系樹脂の誘導体も挙げられる。これらのうちでは、耐熱性が良好であるという点から、高ケン化度で高重合度のポリビニルアルコール系樹脂が好ましい。即ち、ケン化度が95モル%以上、更には99モル%以上、特には99.5モル%以上であって、平均重合度が1000以上、更には1000~6000、特には1500~5000、特別には2500~4000のポリビニルアルコール系樹脂が好ましい。

【0009】高ケン化度で高重合度のポリビニルアルコール系樹脂フィルムを用いた偏光フィルムの製造法としては、ポリビニルアルコール系樹脂を水または有機溶媒に溶解した原液を流延製膜して、延伸してヨウ素染色するか、延伸と染色を同時に行うか、ヨウ素染色して延伸した後、ホウ素化合物処理する方法等が採用される。本発明で、偏光フィルムに貼付される保護フィルムとしては、引張強度が 13 kgf/mm^2 以上、好ましくは $13\sim 50\text{ kgf/mm}^2$ 、更に好ましくは $14\sim 40\text{ kgf/mm}^2$ のトリアセチルセルロースフィルムを用いる。引張強度が 13 kgf/mm^2 未満のフィルムでは本発明の目的を達成することはできない。なお、上記引張強度はASTM-D 638に準じて測定される値である。

【0010】また、本発明では、トリアセチルセルロースフィルムを 100°C 、100時間放置したときの縦方向の寸法変化率が好ましくは0.20%以下、好ましくは0.001~0.20%、更に好ましくは0.001~0.15%である。更にはトリアセチルセルロースフィルムを 70°C 、90%RHの雰囲気下に500時間放置したときの縦方向の寸法変化率が好ましくは0.50%以下、より好ましくは0.0001~0.50%、さらに好ましくは0.0001~0.40%である。トリアセチルセルロースフィルムの 100°C 、100時間における縦方向の寸法変化率が0.20%を越える場合や 70°C 、90%RH、500時間における縦方向の寸法変化率が0.50%を越える場合には、本発明の偏光板を液晶パネル等に用いたときの表示品位が劣って好ましくない。

【0011】上記物性を有するトリアセチルセルロースフィルムを得るためには、該フィルムの製造時に可塑剤の含有量を調節したり、製膜後に加熱処理を行ったりす

る方法等が挙げられる。トリアセチルセルロースフィルムは、トリアセチルセルロースを溶剤に溶解することで調製されたトリアセチルセルロースドープを単層流延および複数層共流延の何れかの流延方法により流延することにより作成されたトリアセチルセルロースフィルムを用いることが好ましい。特に、環境保全の観点から、トリアセチルセルロースを冷却溶解法あるいは高温溶解法によってジクロロメタンを実質的に含まない溶剤に溶解することで調製されたトリアセチルセルロースドープを用いて作成されたトリアセチルセルロースフィルムが好ましい。単層のトリアセチルセルロースは、特開平7-11055号公報等で開示されているドラム流延、あるいはバンド流延等により作成され、後者の複数の層からなるトリアセチルセルロースは、特開昭61-94725号公報、特公昭62-43846号公報等で開示されている、いわゆる共流延法により作成される。

【0012】すなわち、原料フレークをハロゲン化炭化水素類（ジクロロメタン等）、アルコール類（メタノール、エタノール、ブタノール等）、エステル類（蟻酸メチル、酢酸メチル等）、エーテル類（ジオキサン、ジオキソラン、ジエチルエーテル等）等の溶剤にて溶解し、これに必要に応じて可塑剤、紫外線吸収剤、劣化防止剤、滑り剤、剥離促進剤等の各種の添加剤を加えた溶液（ドープと称する）を、水平式のエンドレスの金属ベルトまたは回転するドラムからなる支持体の上に、ドープ供給手段（ダイと称する）により流延する際、単層ならば単一のドープを単層流延し、複数の層ならば高濃度のセルロースエステルドープの両側に低濃度ドープを共流延し、支持体上である程度乾燥して剛性が付与されたフィルムを支持体から剥離し、次いで各種の搬送手段により乾燥部を通過させて溶剤を除去することからなる方法である。

【0013】上記のような、トリアセチルセルロースを溶解するための溶剤としては、ジクロロメタンが代表的である。しかし、技術的には、ジクロロメタンのようなハロゲン化炭化水素は問題なく使用できるが、地球環境や作業環境の観点では、溶剤はジクロロメタン等のハロゲン化炭化水素を実質的に含まないことが好ましい。

「実質的に含まない」とは、有機溶剤中のハロゲン化炭化水素の割合が5質量%未満（好ましくは2質量%未満）であることを意味する。ジクロロメタン等を実質的に含まない溶剤を用いてトリアセチルセルロースのドープを調整する場合には、後述するような特殊な溶解法が必須となる。

【0014】第一の溶解法は、冷却溶解法と称され、以下に説明する。まず室温近辺の温度（ $-10\sim 40^\circ\text{C}$ ）で溶剤中にトリアセチルセルロースを攪拌しながら徐々に添加する。次に、混合物は $-100\sim -10^\circ\text{C}$ 、好ましくは $-80\sim -10^\circ\text{C}$ 、さらに好ましくは $-50\sim -20^\circ\text{C}$ 、最も好ましくは $-50\sim -30^\circ\text{C}$ に冷却する。

冷却は、例えば、ドライアイス・メタノール浴（ -75°C ）や冷却したジエチレングリコール溶液（ $-30\sim-20^{\circ}\text{C}$ ）中で行なうことができる。このように冷却すると、トリアセチルセルロースと溶剤の混合物は固化する。さらに、これを $0\sim200^{\circ}\text{C}$ 、好ましくは $0\sim150^{\circ}\text{C}$ 、さらに好ましくは $0\sim120^{\circ}\text{C}$ 、最も好ましくは $0\sim50^{\circ}\text{C}$ に加温すると、溶剤中にトリアセチルセルロースが流動する溶液となる。昇温は、室温中に放置するだけでもよく、温浴中で加温してもよい。

【0015】第二の方法は、高温溶解法と称され、以下に説明する。まず室温近辺の温度（ $-10\sim40^{\circ}\text{C}$ ）で溶剤中にトリアセチルセルロースを攪拌しながら徐々に添加する。トリアセチルセルロースは、各種溶剤を含有する混合溶剤中に添加し予め膨潤させておくことが好ましい。本法において、トリアセチルセルロースの溶解濃度は30質量%以下が好ましいが、フィルム製膜時の乾燥効率の点から、なるべく高濃度であることが好ましい。次にトリアセチルセルロースを溶解している有機溶剤混合液を、 $0.2\sim30\text{MPa}$ の加圧下で $70\sim240^{\circ}\text{C}$ 、好ましくは $80\sim220^{\circ}\text{C}$ 、更に好ましくは $100\sim200^{\circ}\text{C}$ 、最も好ましくは $100\sim190^{\circ}\text{C}$ に加熱し、次にこれらの加熱溶液はそのままでは塗布できないため、使用された溶剤の最も低い沸点以下に冷却する。その場合、 $-10\sim50^{\circ}\text{C}$ に冷却して常圧に戻すことが一般的である。冷却は、トリアセチルセルロース溶液が内蔵されている高圧高温容器やラインを、室温に放置するだけでもよく、更に好ましくは冷却水等の冷媒を用いて該装置を冷却してもよい。

【0016】トリアセチルセルロースフィルムの厚みは、特に限定されないが、 $50\sim150\mu\text{m}$ が好ましく、 $70\sim120\mu\text{m}$ がより好ましい。

【0017】上記した偏光フィルムとトリアセチルセルロースフィルムは、天然或いは合成ゴム、アクリル系樹脂、ブチラール系樹脂、エポキシ系樹脂、ポリエステル系樹脂、ポリアミド系樹脂、ポリビニルアルコール系樹脂等を主成分とする接着剤ないし粘着剤を用いて、風乾法、化学硬化法、熱硬化法、熱熔融法等により接着することにより、積層することができる。

【0018】かくして、トリアセチルセルロースフィルム／偏光フィルムまたはトリアセチルセルロースフィルム／偏光フィルム／セルロース系フィルム等の積層構造を有する本発明の偏光板が得られる。ここで、偏光板を構成するセルロース系フィルムは、本発明で特定されるトリアセチルセルロースフィルムでも、一般に用いられるセルロース系フィルムでもどちらでもよい。本発明の偏光板は、その偏光フィルム面あるいはセルロース系フィルム面に、後述するようなアクリル系粘着剤を用いてガラス板等の基材に貼着されて、後述する用途に利用される。本発明の偏光板は、トリアセチルセルロースフィルムの更に外側に各種の機能層を積層して機能層付き偏

光板とすることも好ましく、有用である。

【0019】上記機能層としては、具体的にはハードコート層、アンチグレア層およびアンチリフレクション層等が挙げられる。更に2種以上の機能層を組み合わせることも可能である。

【0020】ハードコート層は、表面硬度をH（鉛筆硬度）以上にして耐擦傷性を付与するための層である。具体的には、メラミン系樹脂、ウレタン系樹脂、アクリル系樹脂、アルキッド系樹脂、シリコン系樹脂等の熱硬化性樹脂や多官能アクリル系樹脂を主成分とし、さらに紫外線或いは電子線等によるエネルギー線硬化性樹脂や SiO_2 等の金属酸化物等が用いられ、トリアセチルセルロースフィルム表面に形成される。ハードコート層の形成方法としては、樹脂の場合にはバーコート、ロールコート、グラビアコート、エアナイフコート等の公知の塗工方法が、また金属酸化物の場合には真空蒸着方法が好適に採用される。ハードコート層の厚みは $1\sim20\mu\text{m}$ 程度である。

【0021】アンチグレア層は、偏光板表面への蛍光灯等の写り込み像を拡散し表示を見やすくしたり、指紋等の付着を防止するための層である。具体的には、粒子径が $0.1\sim20\mu\text{m}$ のシリカ微粒子等の無機充填剤やアクリル、スチレン、ジビニルベンゼン、メラミン、ベンゾグアナミン等の有機充填剤を配合した、メラミン系樹脂、ウレタン系樹脂、アクリル系樹脂、アルキッド系樹脂、シリコン系樹脂等の熱硬化性樹脂や多官能アクリル系の紫外線或いは電子線等のエネルギー線硬化性樹脂等を用いて形成される。これらの樹脂は、トリアセチルセルロースフィルム表面に、バーコート、ロールコート、グラビアコート、エアナイフコート等の公知の塗工方法により塗工される。アンチグレア層の厚みは $1\sim20\mu\text{m}$ 程度である。

【0022】アンチリフレクション層は、偏光板表面での外光反射を抑制し表示を見やすくするための層である。具体的には、フッ素系樹脂や SiO_2 、 MgF_2 、 ZrO_2 、 Al_2O_3 、 TiO_2 等の金属酸化物等が用いられ、トリアセチルセルロースフィルム表面に形成される。アンチリフレクション層の形成方法としては、樹脂の場合にはバーコート、ロールコート、グラビアコート、エアナイフコート等の公知の塗工方法が、又金属酸化物の場合には真空蒸着方法が好適に採用される。金属酸化物からなるアンチリフレクション層は、2層以上積層されていてもよい。アンチリフレクション層の厚みは $0.05\sim1\mu\text{m}$ 程度である。また、アンチリフレクション層とアンチグレア層を組み合わせ使用することも有効である。

【0023】本発明では、上記の各種機能層を偏光板に設けること、また、各種機能層を種々組み合わせて偏光板に設けることにより、光学性能に優れ、かつ高温、高湿の条件下での耐久性に優れた効果を発揮することがで

10

20

30

40

50

きる。

【0024】更に本発明の機能層付き偏光板においては、機能層が設けられていないセルロース系フィルム側に、あるいはセルロース系フィルムが省略されて偏光フィルムに直接、アクリル系粘着剤層が設けられて、液晶表示装置等のガラス基材に貼着されて実装に供される。アクリル系粘着剤としては、公知のものが用いられ、アクリル系粘着剤の主成分であるアクリル系樹脂の構成成分としては、ガラス転移温度の低く柔らかい主モノマー成分やガラス転移温度の高く硬いコモノマー成分、更に必要に応じ少量の官能基含有モノマー成分が挙げられる。

【0025】上記主モノマーの具体例として、アクリル酸エチル、アクリル酸n-ブチル、アクリル酸イソブチル、アクリル酸2-エチルヘキシル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸ベンジル、アクリル酸シクロヘキシル等のアルキル基の炭素数2~12程度のアクリル酸アルキルエステルやメタクリル酸n-ブチル、メタクリル酸イソブチル、メタクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸ラウリル、メタクリル酸ベンジル、メタクリル酸シクロヘキシル等のアルキル基の炭素数4~12程度のメタクリル酸アルキルエステル等主モノマー成分が挙げられる。上記のコモノマー成分の具体例として、アクリル酸メチル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸プロピル等のアルキル基の炭素数が1~3のメタクリル酸アルキルエステル、酢酸ビニル、アクリロニトリル、メタクリロニトリル、スチレン等が挙げられる。

【0026】上記以外の官能基含有モノマー成分の具体例としては、アクリル酸、メタクリル酸、クロトン酸等のモノカルボン酸、マレイン酸、フマル酸、シトラコン酸、グルタコン酸、イタコン酸等の多価カルボン酸、およびこれらの無水物等のカルボキシル基含有モノマーや2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、3-クロロ-2-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、ジエチレングリコールモノ(メタ)アクリレート等やN-メチロールアクリルアミド等のヒドロキシル基含有モノマー等の他に(メタ)アクリルアミド、ジメチルアミノエチルメタクリレート、グリシジルメタクリレート、アリルグリシジルエーテル等が挙げられる。上記官能基含有モノマー成分のうち、特にカルボキシル基含有モノマーの使用が好ましい。

【0027】主モノマー成分の含有量は、他に含有させるコモノマー成分や官能基含有モノマー成分の種類や含有量により一概に規定できないが、一般的には上記主モノマーを50質量%以上含有させることが好ましい。アクリル系粘着剤の主成分であるアクリル系樹脂は、当業者周知の方法によって、例えば主モノマー、コモノマー、更に必要に応じて官能基含有モノマーを有機溶剤中

でラジカル共重合させる方法等により容易に製造される。

【0028】上記重合に用いられる有機溶剤としては、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素類、酢酸エチル、酢酸ブチル等のエステル類、n-プロピルアルコール、イソプロピルアルコール等の脂肪族アルコール類、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、シクロヘキサノン等のケトン類等が挙げられる。ラジカル重合に使用する重合触媒としては、通常のラジカル重合触媒であるアゾビスイソブチロニトリル、ベンゾイルパーオキサイド、ジ-tert-ブチルパーオキサイド、クメンハイドロパーオキサイド等が具体例として挙げられる。

【0029】上記のアクリル系樹脂は、必要に応じて架橋剤、カップリング剤(例えばシリコン系、アルミニウム系、チタン系のカップリング剤)等の添加剤が0.001~5質量%配合されてガラス基材用のアクリル系粘着剤となる。上記架橋剤としては、イソシアネート系化合物、エポキシ系化合物、アルデヒド系化合物、アミン化合物、金属塩、金属アルコキシド、金属キレート化合物、アンモニウム塩およびヒドラジン化合物等が例示される。上記の架橋剤の配合量は、アクリル系樹脂100質量部に対して0.001~8質量部程度である。

【0030】本発明の偏光板は、偏光特性に優れ、かつ各種の機能層を積層することができ、高温・高湿状態での耐久性にも優れ、各種機能層の機能を十分に発揮し、電子卓上計算機、電子時計、ワープロ、自動車や機械類の計器類等の液晶表示装置、サングラス、防目メガネ、立体メガネ、表示素子(CRT、LCD等)用反射低減層、医療機器、建築材料、玩具等に用いられ、特に自動車や機械類の計器類等の液晶表示装置に有用である。

【0031】

【実施例】次に実施例を挙げて本発明の偏光板を更に詳しく説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。なお、実施例中「%」とあるのは特に断りのない限り質量基準である。また、偏光度は下記数式で算出される値である。

$$\text{偏光度} : \left[\frac{(H_{11}-H_1)}{(H_{11}+H_1)} \right]^{1/2} \times 100 (\%)$$

ここでH₁₁は2枚の偏光フィルムサンプルの重ね合わせ時において、偏光フィルムの配向方向が同一方向になる様に重ね合わせた状態で分光光度計を用いて測定した透過率(%)、H₁は2枚のサンプルの重ね合わせ時において、偏光フィルムの配向方向が互いに直交する方向になる様に重ね合わせた状態で測定した透過率(%)である。

【0032】<3層共流延トリアセチルセルロースフィルムの作製>

(トリアセチルセルロースドーパAの調整) トリアセチルセルロース17.4質量部、トリフェニルフォスフェート2.6質量部、ジクロロメタン66質量部、メタノ

ール5. 8質量部、n-ブタノール8. 2質量部からなる原料を攪拌しながら混合して溶解し、トリアセチルセルロースドープAを調整した。

(トリアセチルセルロースドープBの調整) トリアセチルセルロース24質量部、トリフェニルフォスフェート4質量部、ジクロロメタン66質量部、メタノール6質量部からなる原料を攪拌しながら混合して溶解し、トリアセチルセルロースドープBを調整した。

(トリアセチルセルロースフィルム1の作製) 特開平11-254594号公報に従って、3層共流延ダイを用い、ドープBの両側にドープAを共流延するように配置して金属ドラム上に同時に吐出させて重層流延した後、流延膜をドラムから剥ぎ取り、乾燥して、ドラム面側から厚み10 μ m、60 μ m、10 μ mのトリアセチルセルロースフィルム1(TAC-1)を作成した。このフィルムには、各層間に明確な界面は形成されていなかった。

【0033】<冷却溶解法トリアセチルセルロースフィルムの作製>

(トリアセチルセルロースドープCの調整) トリアセチルセルロース20質量部、酢酸メチル48質量部、シクロヘキサノン20質量部、メタノール5質量部、エタノール5質量部、トリフェニルフォスフェート/ビフェニルジフェニルフォスフェート混合物(混合比1/2)2質量部、シリカ(粒径20nm)0.1質量部、2,4-ビス-(n-オクチルチオ)-6-(4-ヒドロキシ-3,5-ジ-tert-ブチルアニリノ)-1,3,5-トリアジン0.2質量部を添加、攪拌して得られた不均一なゲル状溶液を-70℃にて6時間冷却した後、50℃に加温し攪拌してドープCを調整した。

(トリアセチルセルロースフィルム2の作製) 特開平7-11055号公報に従い、上記トリアセチルセルロースドープCを単層ドラム流延し、厚み80 μ mのトリアセチルセルロースフィルム2(TAC-2)を作成した。

【0034】<高温溶解法トリアセチルセルロースフィルムの作製>

(トリアセチルセルロースドープDの調整) 上記トリアセチルセルロースドープCと同様に得られた不均一なゲル状溶液を、ステンレス製密閉容器で1MPaの圧力下、180℃で5分間加熱した後、50℃の水浴中に容器ごと投入し冷却し、トリアセチルセルロースドープDを調整した。

(トリアセチルセルロースフィルム3の作製) 特開平7

-11055号公報に従い、上記トリアセチルセルロースドープDを単層ドラム流延し、厚み80 μ mのトリアセチルセルロースフィルム3(TAC-3)を作成した。

【0035】実施例1

膜厚25 μ mのポリビニルアルコール系偏光フィルム(平均重合度3500、平均ケン化度99.5モル%、5倍延伸)の両側にポリビニルアルコール系接着剤(3%水溶液、乾燥塗布厚み0.01 μ m)を用いて上記トリアセチルセルロースフィルム1(TAC-1)(引張強度16.8kgf/mm²、80 μ m厚み)を貼着後、100℃で1分間乾燥させて偏光板を得た。上記トリアセチルセルロースフィルム1単体の100℃、100時間における縦方向の寸法変化率は0.05%で、70℃、90%RH、500時間における縦方向の寸法変化率は0.18%であった。得られた偏光板のコントラスト(平行透過率/直交透過率)を高速多波長複屈折測定装置(大塚電子(株)製、RETS-2000)により測定したところ2400であった。次いで偏光板の耐久性を調べるために、偏光板を65℃、95%RHの条件下に30分放置後、55℃の乾燥状態で30分放置する処理を10回繰り返した後、上記と同様にコントラストを測定したところ1500でコントラストの保持率は約63%であった。

【0036】次に、偏光板のトリアセチルセルロースフィルムと偏光フィルムとの密着性を調べるために、下記の打抜き試験を行った。

(打抜き試験) 偏光板を65℃、95%RHの条件下に、500時間放置した後、直径35mmの円形刃を用いて、裁断機((株)トーヨー製、TCM-500A)にて打抜きを行ない、下記の基準で密着性を評価した。
○…トリアセチルセルロースフィルムとポリビニルアルコール系偏光フィルムとの間に剥離は観察されない
×…トリアセチルセルロースフィルムとポリビニルアルコール系偏光フィルムとの間に剥離が観察される
実施例1で得られた偏光板の打抜き試験では、密着性には問題はなかった。

【0037】実施例2、3および比較例1、2

表1に示されるポリビニルアルコール系偏光フィルムおよびトリアセチルセルロースフィルムを用いて実施例1と同様に偏光板を作製して、同様に試験を行った。実施例および比較例の試験結果を表2に示す。

【0038】

【表1】

10

20

30

40

	偏光フィルム				セルロース系 フィルム
	平均重合度	平均ケン化度 (モル%)	延伸倍率 (倍)	膜厚 (μm)	
実施例1	3500	99.5	5	25	TAC-1
〃 2	2600	99.5	5	25	TAC-2
〃 3	1700	99.5	5	25	TAC-3
比較例1	3500	99.5	5	25	UV80
〃 2	3500	99.5	5	25	UVDE80

【0039】実施例1～3および比較例1、2で用いたセルロース系フィルムは下記の通りである。

トリアセチルセルロースフィルム1 (TAC-1) ;

厚み: $80\mu\text{m}$

引張強度: $16.8\text{kgf}/\text{mm}^2$

100℃、100時間の縦方向の寸法変化率: 0.05%

70℃、90%RH、500時間の縦方向の寸法変化率: 0.18%

トリアセチルセルロースフィルム2 (TAC-2) ;

厚み: $80\mu\text{m}$

引張強度: $16.0\text{kgf}/\text{mm}^2$

100℃、100時間の縦方向の寸法変化率: 0.10%

70℃、90%RH、500時間の縦方向の寸法変化率: 0.30%

トリアセチルセルロースフィルム3 (TAC-3) ;

厚み: $80\mu\text{m}$

引張強度 $16.3\text{kgf}/\text{mm}^2$

100℃、100時間の縦方向の寸法変化率: 0.08%

* 70℃×90%RH×500時間の縦方向の寸法変化率: 0.24%

UV80;

フジタックFT-UV80、富士写真フィルム(株)製、トリアセチルセルロースフィルム

引張強度: $12.6\text{kgf}/\text{mm}^2$

100℃、100時間の縦方向の寸法変化率: 0.40%

20 70℃、90%RH、500時間の縦方向の寸法変化率: 0.67%

UVDE80;

フジタックFT-UVDE80、富士写真フィルム(株)製、トリアセチルセルロースフィルム

厚み: $80\mu\text{m}$

引張強度 $16.5\text{kgf}/\text{mm}^2$

100℃、100時間の縦方向の寸法変化率: 0.06%

70℃、90%RH、500時間の縦方向の寸法変化率: 0.20%

【0040】

* 【表2】

	コントラスト (平行透過率/直交透過率)			打抜き試験
	処理前	処理後	保持率 (%)	密着性
実施例1	2400	1500	63	○
〃 2	2200	1350	61	○
〃 3	1900	1100	58	○
比較例1	2400	700	29	×
〃 2	2400	1500	63	×

【0041】表2に示される結果から、本発明の偏光板は偏光特性と密着性のいずれにも優れることが明らかである。一方、比較例1の偏光板は、トリアセチルセルロースフィルムの引張強度が $13\text{kgf}/\text{mm}^2$ 未満であるため、耐久性および密着性に劣る。また、比較例2の偏光板は、トリアセチルセルロース製造の際にジクロロメタンを使用しているため密着性に劣る。

【0042】実施例4

実施例1で得られた偏光板の片面に、下記の(1)～(5)に示される機能層を設けて、5種類の機能層付き偏光板を作成した。

(1) ハードコート層 (膜厚 $2.5\mu\text{m}$)

多官能アクリレートモノマー (日本化薬(株)製、DPHA) と平均粒径 15nm のシリカ微粒子とを60対40の割合で配合したものをコート

50 (2) アンチグレア層 (膜厚 $1.5\mu\text{m}$)

DPHAと平均粒径20nmのジルコニア微粒子とを65対35の割合で配合したものに、平均粒径2μmのポリスチレン粒子を4%添加したものをコート

(3) アンチリフレクション層

熱架橋性含フッ素ポリマーに平均粒径15nmのシリカ微粒子を2%添加したものをコート

(4) アンチグレア層/アンチリフレクション層

上記アンチグレア層(2)、アンチリフレクション層

(3)を、この順にトリアセチルセルロースフィルムにコート

(5) ハードコート層/アンチグレア層/アンチリフレクション層(膜厚2.5μm/1.5μm/0.1μm)

上記ハードコート層(1)、アンチグレア層(2)、アンチリフレクション層(3)を、この順にトリアセチルセルロースフィルムにコート

【0043】各々の層の機能性評価を下記方法①および②により評価した。結果を表3に示す。

(ハードコート層)

①耐擦傷性

スチールウールで該偏光板の表面を1kg/cm²で100回擦った際のキズの有無を測定し、下記の基準で評価した。

○・・・キズなし

×・・・キズあり

②表面鉛筆硬度

JIS K 5400 に準じて偏光板の表面硬度を測定し、下記の基準で評価した。

○・・・H以上の表面硬度を有する

×・・・H未満の表面硬度を有する

【0044】(アンチグレア層)

①蛍光灯の拡散性

蛍光灯を偏光板に写し込んだときの蛍光灯像による表示

品位を下記の基準で評価した。

A・・・蛍光灯の形状が認識できない

B・・・蛍光灯の形状が認識できる

②ヘイズ値変化

偏光板のアンチグレア層の耐久性を評価するため上記した条件と同じ条件下で処理し、処理前後のヘイズ値を測定し、下記の基準により評価した。

○・・・放置前後のヘイズ値の変化率が30%未満

×・・・放置前後のヘイズ値の変化率が30%以上

10 【0045】(アンチリフレクション層)

①蛍光灯の写り込み

蛍光灯を該偏光板に写し込んだときの該像による表示品位を下記の基準で評価した。

A・・・蛍光灯の写り込みにより他の表示が阻害されない

B・・・蛍光灯の写り込みにより他の表示が阻害される

②表面反射率

偏光板のアンチリフレクション層の耐久性を評価するため上記した条件と同じ条件下で処理し、処理前後の反射率を測定し、下記の基準で評価した。

○・・・放置前後の反射率の変化率が30%未満

×・・・放置前後の反射率の変化率が30%以上

【0046】実施例5

実施例2で得られた偏光板を用いて実施例4と同様に機能層を設けて、実施例4と同様に評価した。

実施例6

実施例3で得られた偏光板を用いて実施例4と同様に機能層を設けて、実施例4と同様に評価した。実施例4～6の評価結果を表3に示す。

30 【0047】

【表3】

	機能層 構成	機能層の評価項目		備考
		①	②	
実施例 4	(1)	○	○	
	(2)	A	○	
	(3)	A	○	
	(4)	A	○	AG層の性能
		A	○	AR層の性能
	(5)	○	○	HC層の性能
		A	○	AG層の性能
		A	○	AR層の性能
実施例 5	(1)	○	○	
	(2)	A	○	
	(3)	A	○	
	(4)	A	○	AG層の性能
		A	○	AR層の性能
	(5)	○	○	HC層の性能
		A	○	AG層の性能
		A	○	AR層の性能
実施例 6	(1)	○	○	
	(2)	A	○	
	(3)	A	○	
	(4)	A	○	AG層の性能
		A	○	AR層の性能
	(5)	○	○	HC層の性能
		A	○	AG層の性能
		A	○	AR層の性能

【0048】表3中、HC層はハードコート層を、AG層はアンチグレア層を、AR層はアンチリフレクション層を表す。表3に示される結果から、本発明の機能層を有する偏光板は、機能層がその機能を十分に発揮すると共に耐久性にも優れることが明らかである。

【0049】

【発明の効果】本発明の偏光板は、偏光フィルムに特定のトリアセチルセルロースフィルムが貼着した偏光板を所望のサイズに打抜く工程において、貼着したフィルム*

*が剥がれることがなく得率良く取得され得、しかも高温・高湿環境下での耐久性に優れ、偏光特性等の光学的性能の低下が少ない。また、本発明の偏光板に各種機能層を複数積層しても、その機能を十分に発揮する。従って、本発明の偏光板は、電子卓上計算機、電子時計、ワープロ、自動車や機械類の計器類等の液晶表示装置、サングラス、防目メガネ、立体メガネ、表示素子(CRT、LCD等)用反射低減層等に用いられ、特に自動車や機械類の計器類等の液晶表示装置に有用である。

フロントページの続き

(51)Int. Cl.⁷

B29L 9:00
11:00

識別記号

FI

B29L 9:00
11:00

テマコード(参考)

Fターム(参考) 2H049 BA02 BB33 BB43 BB51 BB63
BB65 BC09 BC10
2H091 FA08X FA08Z FA37X FB02
FC01 FD06 GA16 LA02 LA04
LA06
4F205 AA01 AG01 AG03 AH73 GA07
GB02 GB22 GF01 GF24